



天津市地方计量技术规范

JJF(津)01—2018

真空干燥箱校准规范

Calibration Specification for Vacuum Ovens

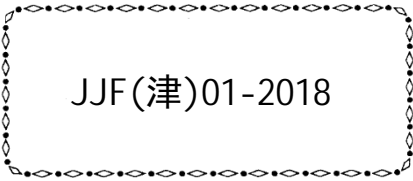
2018-03-08 发布

2018-06-01 实施

天津市市场和质量监督管理委员会 发布

真空干燥箱校准规范

Calibration Specification for Vacuum Ovens



JJF(津)01-2018

归口单位：天津市市场和质量监督管理委员会

主要起草单位：天津市计量监督检测科学研究院

本规范委托天津市计量监督检测科学研究院负责解释

本规范主要起草人：

田 昀 （天津市计量监督检测科学研究院）

孙 浩 （天津市计量监督检测科学研究院）

沈文杰 （天津市计量监督检测科学研究院）

蒋 静 （天津市计量监督检测科学研究院）

参加起草人：

冯振清 （天津市计量监督检测科学研究院）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 名词术语	(1)
3.1 温度波动度	(1)
3.2 温度偏差	(1)
3.3 真空密封性	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(2)
5.1 外观	(2)
5.2 技术指标	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 测量标准	(2)
7 校准项目和校准方法	(2)
7.1 校准项目	(2)
7.2 负载条件	(2)
7.3 校准方法	(2)
7.4 数据处理	(2)
8 校准结果表达	(2)
9 复校时间间隔	(2)
附录 A 真空干燥箱原始记录参考格式	(8)
附录 B 真空干燥箱校准证书内页参考格式	(9)
附录 C 真空干燥箱温度偏差测量结果不确定度分析	(10)

引 言

真空干燥箱广泛应用于生物化学、化工制药、医疗卫生、农业科研、环境保护等制造研究领域，是一种非常重要的试验设备。真空干燥箱的性能指标对很多试验的结果具有重大影响。在充分考虑了技术和经济的合理性前提下，制定了本规范。

本规范参照了国家计量技术规范 JJF1001—2011《通用计量术语及定义》JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》以及 JJF1071—2010《国家计量校准规范编写规则》中规定的相关术语定义和编写规则。

本规范采用了 JB/T 29251-2012《真空干燥箱》中规定的相关术语定义和技术内容。

本规范系首次制定。

真空干燥箱校准规范

1 范围

本规范适用于测量温度不超过(-70~250)℃的真空干燥箱温度及真空度计量性能的校准,其他真空干燥密封设备的校准也可参照本规范。

2 引用文件

JB/T 29251-2012 真空干燥箱

凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本规范;凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本规范。

3 名词术语

3.1 温度波动度 temperature fluctuation

真空干燥箱在稳定工作状态下,规定时间间隔内,隔板几何中心位置上测试点实测温度最大值与最小值之差的一半,冠以“±”,即为该层隔板的温度波动度。

3.2 温度偏差 temperature deviation

真空干燥箱在温度保持稳定工作状态下,显示温度平均值与隔板几何中心位置上测试点实测温度平均值的差值。

3.3 真空密封性 vacuum tightness

真空干燥箱在温度保持稳定工作状态下,使真空干燥箱的真空度达到 0.3kPa 或用户要求的真空度后,在规定时间间隔内,干燥箱内部的真空度初始值与最终值之差。

4 概述

真空干燥箱主要用于干燥热敏性、易分解和易氧化物质,具有加热和提供真空环境等功能。箱内工作室被金属隔板分成若干层,金属隔板一般具有热传导或加热功能,具体结构见图 1。待处理的物质会放置在真空干燥箱的隔板上,利用真空泵对工作室进行抽真空操作。待真空度达到要求后,真空干燥箱会将工作室控制到指定温度,对物质进行干燥处理。真空干燥箱的工作温度为一般为(0~250)℃,某些低温真空干燥设备的工作温度可到-70℃。真空干燥箱能达到的真空度与真空泵和箱体密封性有关,一般不低于 3kPa(绝压)。

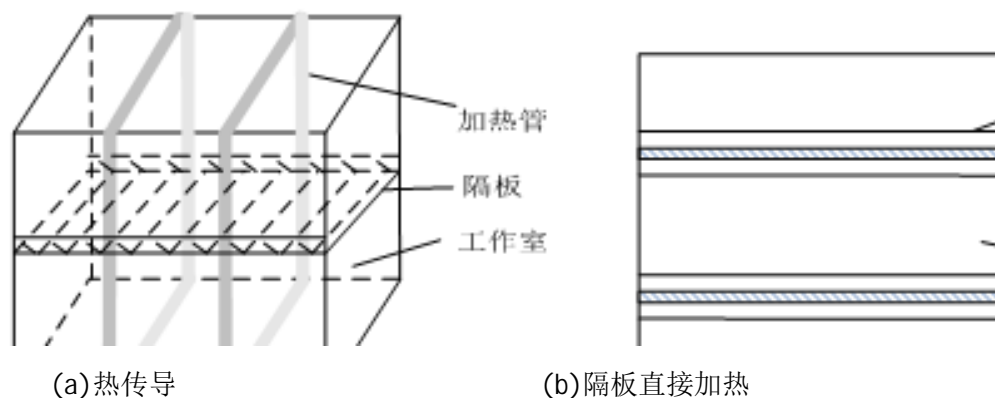


图1 真空干燥箱隔板结构图

5 计量特性

5.1 外观

5.1.1 真空干燥箱上应有名称、型号、制造厂、出厂编号等信息。

5.1.2 真空干燥箱外观应完好，结构应完整，附件、备件应齐全，各开关、按钮、按键等功能正常，不应有影响使用和校准的缺陷。

5.2 技术指标

5.2.1 温度波动度

真空干燥箱温度波动度应不超过 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.2 温度偏差

最高工作温度不超过 200°C 的真空干燥箱，温度偏差应不超过 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 。

最高工作温度超过 200°C 的真空干燥箱，温度偏差应不超过其最大工作温度的 $\pm 1.5\%$ 。

5.2.3 真空密封性

在30min内，真空干燥箱的真空密封性不应超过1kPa。

以上技术指标均不作为合格判定。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度： $(5\sim 35)^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.2 环境湿度： $(30\sim 80)\%RH$

6.1.3 大气压 (80~106) kPa

6.1.4 供电电源:

电压: 三相交流电 (380±30) V、单相交流电 (220±20) V,

频率: (50±0.5) Hz,

最大负载电流: 应满足真空干燥箱的使用要求。

接地安全: 具有良好接地。

6.1.5 真空干燥箱周围无强烈震动及腐蚀性气体影响。

6.2 测量标准

6.2.1 温度测量标准

测量标准采用可测量表面温度的温度传感器, 分辨力不低于 0.1℃, 测量范围为 (-70~250)℃。温度传感器测量结果的扩展不确定度 ($k=2$) 应不大于被校真空干燥箱规定的温度波动度和温度偏差绝对值的 1/3。

6.2.2 压力测量标准

测量标准为压力传感器, 分辨力不小于 0.1kPa, 测量范围为 (1~120) kPa (绝压) 或 (-0.1~0) MPa(表压), 准确度等级不低于 0.2 级。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

真空干燥箱校准项目包括温度波动度、温度偏差、真空密封性。

7.2 负载条件

真空干燥箱的校准一般应在空载条件下进行, 若用户需要负载条件下的校准, 应说明负载情况。

7.3 校准方法

7.3.1 外观检查

目测检查真空干燥箱的外观是否符合 5.1 的要求。

7.3.2 温度偏差、温度波动度和真空密封性的校准

7.3.2.1 校准温度点的选择

校准温度点一般应选择设备使用范围的下限点、中间点及上限点, 也可根据用户需要选择实际常用的温度点。在校准温度的同时校准真空密封性。

7.3.2.2 测试点位置的选择

温度测试点分布在真空干燥箱工作室每层隔板中心位置上,每个点放置一个温度传感器。压力测试点选取在真空干燥箱工作室内部任意位置。

7.3.2.3 测试过程

按规定摆放温度传感器,测量每层隔板上的温度。将压力传感器放置在隔板上,关闭箱门,保证密封。将真空干燥箱的温度控制器设定到所要求的标称温度,并进行抽真空操作,待真空干燥箱到达稳定工作状态后,读取温度和压力数据。每 2min 记录所有温度测试点的数据一次,在 30min 内共测试 15 次。在开始和结束各测量一次压力数据,在 30min 内各测试 1 次。

7.4 数据处理

7.4.1 温度偏差计算

$$t_d = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n t_{di} \quad (1)$$

$$t_0 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n t_{0i} \quad (2)$$

$$\Delta t_d = t_d - (t_0 + \Delta t_0) \quad (2)$$

式中: n ——测量次数;

Δt_d ——温度偏差, $^{\circ}\text{C}$;

t_d ——设备 n 次显示温度平均值, $^{\circ}\text{C}$;

t_{di} ——设备第 i 次显示温度值, $^{\circ}\text{C}$;

t_0 ——每个隔板中心位置 n 次测量的温度平均值, $^{\circ}\text{C}$;

t_{0i} ——每个隔板中心位置第 i 次测量的温度值, $^{\circ}\text{C}$;

Δt_0 ——温度传感器的修正值, $^{\circ}\text{C}$ 。

7.4.2 温度波动度计算

真空干燥箱在稳定状态下,测试点温度随时间的变化量,即在 30min 内实测最高温度与最低温度之差的一半,冠以“ \pm ”号。

$$\Delta t_f = \pm(t_{0\max} - t_{0\min}) / 2 \quad (4)$$

式中: Δt_f ——温度波动度, $^{\circ}\text{C}$;

$t_{0\max}$ ——测试点 n 次测量的温度最大值, °C;

$t_{0\min}$ ——测试点 n 次测量的温度最小值, °C。

7.4.3 真空密封性计算

真空干燥箱在稳定状态下, 在设定的真空度状态下, 30min 内真空度的变化量。

$$\Delta P = P_S - P_F \quad (5)$$

式中: ΔP ——真空干燥箱真空密封性, kPa;

P_S ——在设定真空度状态下, 真空干燥箱真空度初始值, kPa;

P_F ——在设定真空度状态下, 真空干燥箱真空度最终值, kPa。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息:

- a) 标题: “校准证书”;
- b) 实验室名称和地址;
- c) 进行校准的地点 (如果与实验室的地址不同);
- d) 证书的唯一性标识 (如编号), 每页及总页数的标识;
- e) 客户的名称和地址;
- f) 被校对象的描述和明确标识;
- g) 进行校准的日期, 如果与校准结果的有效性和应用有关时, 应说明被校对象的接收日期;
- h) 如果与校准结果的有效性应用有关时, 应对被校样品的抽样程序进行说明;
- i) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- k) 校准环境的描述;
- l) 各校准项目检查结果的说明;
- m) 对校准规范的偏离的说明;
- n) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识;
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- p) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

9 复校时间间隔

复校时间的间隔是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此，用户可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

建议复校时间间隔最长不超过一年，使用特别频繁时应适当缩短。

附录 A

真空干燥箱校准原始记录格式

委托单位: _____ 型号规格: _____ 证书编号: _____

制造厂: _____ 出厂编号: _____ 校准地点: _____

环境温度: _____ °C 环境湿度: _____ %RH 大气压 _____ kPa

标准器名称 型号/规格 不确定度/准确度 标准器证书编号 有效期至

外观检查:

标称温度: °C 标称真空度: kPa

时间	次数	显示温度 (°C)	实测温度(°C)			
			隔板1	隔板2	隔板n
	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
	7					
	8					
	9					
	10					
	11					
	12					
	13					
	14					
	15					
平均值						
初始真空度 (kPa):				最终真空度 (kPa):		

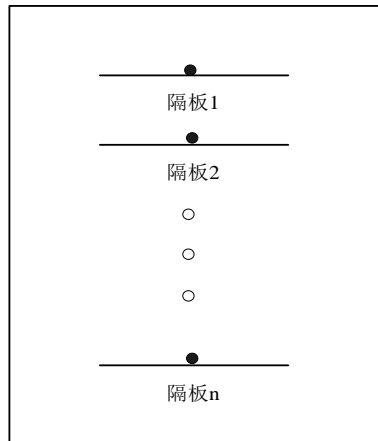
位置	隔板1	隔板2	。。。。	隔板n
温度偏差(°C)				
温度偏差不确定度 $U(^{\circ}\text{C})$, $k=2$				
温度波动度(°C)/30mi n				
真空密封性 (kPa) /30mi n				

校准： _____ 核验： _____ 校准日期： _____

附录 B

校准证书内页参考格式

一、温度校准点布点图



二、校准结果的表达

设定温度 ($^{\circ}\text{C}$)	显示平均温度 ($^{\circ}\text{C}$)	位置	实测温度 平均示值 ($^{\circ}\text{C}$)	温度偏差 ($^{\circ}\text{C}$)	温度波动度 ($^{\circ}\text{C}$) /30mi n	温度偏差 不确定度 $U(^{\circ}\text{C}), k=2$	真空密封性 (kPa) /30mi n
		隔板 1					
		隔板 2					
		...					
		隔板 n					

附录 C

真空干燥箱温度偏差测量结果的不确定度评定

C.1 概述

C.1.1 测量环境: 温度 24℃, 湿度 50%RH。

C.1.2 主要标准器: 温度传感器, 测量范围为 (-40~300)℃, 分辨力 0.01℃。

C.1.3 被校对象:

真空干燥箱, 仪器显示分辨率为 0.1℃。

C.1.4 校准方法:

按规定布放温度传感器, 测量每个隔板上的温度。关闭箱门, 保证密封。将真空干燥箱的温度控制器设定到所要求的标称温度, 并进行抽真空操作, 待真空干燥箱到达稳定工作状态后。开始读取温度数据。每 2min 记录所有温度测试点的数据一次, 在 30min 内共测试 15 次。

C.2 数学模型

$$t_d = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n t_{di} \quad (1)$$

$$t_0 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n t_{0i} \quad (2)$$

$$\Delta t_d = t_d - (t_0 + \Delta t_0) \quad (3)$$

式中: n ——测量次数;

Δt_d ——温度偏差, °C;

t_d ——设备 n 次显示温度平均值, °C;

t_{di} ——设备第 i 次显示温度值, °C;

t_0 ——每个隔板中心位置 n 次测量的温度平均值, °C;

t_{0i} ——每个隔板中心位置第 i 次测量的温度值, °C;

Δt_0 ——温度传感器的修正值, °C。

C.3 灵敏度系数

$$c_1 = \frac{\partial \Delta t_d}{\partial t_d} = 1 \quad c_2 = \frac{\partial \Delta t_d}{\partial t_0} = -1 \quad c_3 = \frac{\partial \Delta t_d}{\partial \Delta t_0} = -1$$

C.4 各分量的标准不确定度评定

C.4.1 输入量 t_d 的标准不确定度 $u(t_d)$ 的评定

采用 A 类评定方法, 以 80°C 为例, 在真空干燥箱工作稳定后, 对其进行 15 次独立重复测量, 从其显示仪表上读取 15 次显示值, 记为 t_{d1} 、 t_{d2} 、 \dots 、 t_{d15} , 平均值记为 \bar{t}_d 。测量结果见表 C1。

表 C1

i (次数)	t_{di} ($^\circ\text{C}$)	i (次数)	t_{di} ($^\circ\text{C}$)	i (次数)	t_{di} ($^\circ\text{C}$)
1	80.0	6	80.0	11	80.1
2	80.0	7	80.0	12	80.1
3	80.1	8	80.1	13	80.0
4	80.0	9	80.0	14	80.0
5	80.0	10	80.0	15	80.0

由公式

$$s(\bar{t}_d) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_{di} - \bar{t}_d)^2}{n(n-1)}}$$

计算得算术平均值 \bar{t}_d 的实验标准差 $s(\bar{t}_d) = 0.046^\circ\text{C}$ 。则由 15 次独立重复测量引人的标准不确定度分量 $u_1 = s(\bar{t}_d) = 0.046^\circ\text{C}$ 。

C.4.2 输入量 t_0 的标准不确定度 $u(t_0)$ 的评定

采用 A 类评定方法, 在真空干燥箱稳定后, 对其进行 15 次独立重复测量, 从温度测量装置上读取 15 次显示值, 记为 t_{01} 、 t_{02} 、 \dots 、 t_{15} , 平均值记为 \bar{t}_0 。测量结果见表 C2。

表 C2

i (次数)	t_{0i} ($^\circ\text{C}$)	i (次数)	t_{0i} ($^\circ\text{C}$)	i (次数)	t_{0i} ($^\circ\text{C}$)
1	80.47	6	80.47	11	80.44
2	80.48	7	80.48	12	80.40
3	80.46	8	80.46	13	80.40
4	80.46	9	80.46	14	80.37
5	80.49	10	80.46	15	80.37

由公式

$$s(\bar{t}_0) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_{0i} - \bar{t}_0)^2}{n(n-1)}}$$

计算得算术平均值 \bar{t}_0 的实验标准差 $s(\bar{t}_0) = 0.040^\circ\text{C}$ 。则由 15 次独立重复测量引人的

标准不确定度分量 $u_2 = s(\bar{t}_0) = 0.040^\circ\text{C}$ 。

C.4.3 由温度传感器修正值引入的标准不确定度分量 $u(\Delta t_0)$

由校准证书可知温度测量装置的扩展不确定度为： $U=0.02^\circ\text{C}$ $k=2$ ，则
 $u_3 = s(\Delta t_0) = 0.02/2 = 0.010^\circ\text{C}$

C.5 不确定度分量表

表 C3

序号	来源	符号	u_i
1	被测设备仪表读数重复性	u_1	0.046°C
2	温度测量装置读数重复性	u_2	0.040°C
3	测量装置修正值	u_3	0.010°C

C.6 合成标准不确定度

$$u_c(\Delta t_d) = \sqrt{[c_1 u_1]^2 + [c_2 u_2]^2 + [c_3 u_3]^2} = 0.061^\circ\text{C}$$

C.7 扩展不确定度的评定

$$U = k u_c = 2 \times 0.061 \approx 0.13^\circ\text{C} \quad k = 2$$